

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08236349 A**(43) Date of publication of application: **13.09.96**

(51) Int. Cl

**H01F 10/14**  
**G11B 5/127**  
**G11B 5/23**

(21) Application number: **07063351**(22) Date of filing: **27.02.95**(71) Applicant: **TDK CORP**

(72) Inventor: **SHINOURA OSAMU**  
**NAKAGAWA YOSHIKI**

(54) **SOFT MAGNETIC THIN FILM AND THIN FILM  
 MAGNETIC DEVICE FORMED THEREOF**

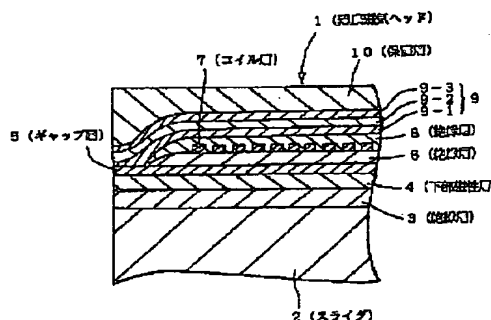
temperature, so that a thin film magnetic head of high characteristics can be obtained.

(57) Abstract:

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

**PURPOSE:** To obtain a soft magnetic thin film which is kept low in coercive force even after it is subjected to a high-temperature thermal treatment by a method wherein the soft magnetic thin film is formed of Ni-Fe Which is prescribed in Ni content.

**CONSTITUTION:** A soft magnetic thin film is formed of Ni-Fe alloy, wherein the Ni content of the Ni-Fe alloy is set to 30 to 80wt%. The lower magnetic layer 4 and the first magnetic film 9-1 and the second magnetic film 9-2 of the upper magnetic layer 9 of a thin film magnetic head 1 are formed of the above soft magnetic thin film by electroplating. The coercive force of the soft magnetic thin film is kept lower than 10e even after the magnetic thin film is subjected to a thermal treatment which is carried out at a temperatures of 350°C or above. By this setup, the lower magnetic layer 4 and the upper magnetic layer 9 previously provided are kept lower in coercive force than 10e and higher in permeability than 1000 even after the layers are subjected to annealing carried out at a high



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-236349

(43) 公開日 平成8年(1996)9月13日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 10/14			H 0 1 F 10/14	
G 1 1 B 5/127			G 1 1 B 5/127	K
5/23		7303-5D	5/23	K

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平7-63351

(22) 出願日 平成7年(1995)2月27日

(71) 出願人 000003067

ティーディーケー株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 篠浦 治

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内

(72) 発明者 中川 善朗

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケー株式会社内

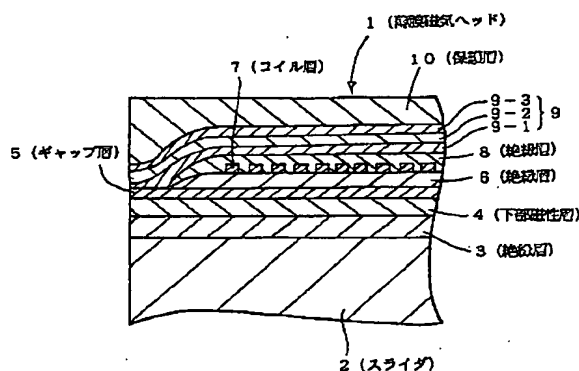
(74) 代理人 弁理士 石井 陽一

(54) 【発明の名称】 軟磁性薄膜およびそれを用いた薄膜磁気デバイス

(57) 【要約】

【目的】 高温熱処理後も低い保磁力、特に1 Oe 以下という優れた軟磁気特性を実現することができる軟磁性薄膜、およびこの軟磁性薄膜を備える薄膜磁気デバイスを提供する。

【構成】 Ni-Fe合金で、成膜後の保磁力が1 Oe以下の軟磁性材料で形成された軟磁性薄膜において、Niの含有率を30～80wt%に設定すると、成膜後に350℃を超える温度での熱処理を受けた後も保磁力が1 Oe 以下を維持する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Ni-Fe合金で、成膜後の保磁力が1 Oe以下の軟磁性材料で形成された軟磁性薄膜において、Niの含有率を30～80wt%に設定し、成膜後に350℃を超える温度での熱処理を受けた後の保磁力が1 Oe以下を維持する軟磁性薄膜。

【請求項2】 Niの含有率を70wt%以上、80wt%未満に設定し、成膜後に350超～520℃の熱処理を受けた後の保磁力が1 Oe以下を維持する請求項1の軟磁性薄膜。

【請求項3】 熱処理を受けた後の透磁率 $\mu$ が1000以上を維持する請求項1または2の軟磁性薄膜。

【請求項4】 面心立方晶相を主として含み、X線回折における(200)面のピーク強度、面心立方晶(111)面のピーク強度をそれぞれI(200)、I(111)としたとき、

$$0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$$

である請求項1ないし3のいずれかの軟磁性薄膜。

【請求項5】 熱処理を受けた後のグレインの平均粒径{X線回折の(111)回折線の2 $\theta$ の半値幅から求めたもの}が、120～370Åである請求項1ないし4のいずれかの軟磁性薄膜。

【請求項6】 電気めっき法により形成された請求項1ないし5のいずれかの軟磁性薄膜。

【請求項7】 請求項1ないし6のいずれかの軟磁性薄膜を備え、製造工程において、少なくとも1度、350℃を超える温度での熱処理を受けた薄膜磁気デバイス。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、軟磁性薄膜、およびそれをを用いた薄膜磁気デバイスに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 薄膜磁気ヘッドや薄膜トランスの磁性薄膜には、低保磁力、高飽和磁束密度等の優れた軟磁気特性が要求される。

【0003】 これらの磁性薄膜は、スパッタ法等の気相成膜法やめっき法等の液相成膜法により形成されるのが一般的であるが、めっき法、特に電気めっき法は、大面積の成膜が容易で、しかも均一性の高い膜が得られ、また、工程数が少なく設備が安価であるという利点がある。

【0004】 このようなことから電着パーマロイ(Ni-Fe合金)膜が薄膜ヘッド磁極材料として現在広く使用されている。

【0005】 パーマロイはNi-Fe合金の軟磁性材料の総称でありJIS規格ではPC(77-81%Ni-Fe)、PB(40-50%Ni-Fe)、PE(50%Ni-Fe)、PD(36%Ni-Fe)等の広い組成でそれぞれ特徴ある材料が知られている。またインバーとして知られる低熱膨張率36%Ni-Fe合金もあ

る。

【0006】 薄膜磁気ヘッドや薄膜トランスの軟磁性薄膜として電着法によるパーマロイ薄膜が広く検討されている。このパーマロイ電着膜は約80%Ni-Fe合金膜である。電着法によるパーマロイ薄膜はバルク材とは異なり成膜したままで、すなわち特別な熱処理を施すことなく優れた軟磁気特性を有する。しかしながら耐熱性が悪く350℃以上の熱が加わることで軟磁気特性が失われてしまうことが広く知られていた。

10 【0007】 例えばIEEE Trans.Magn.Vol.27.No.6, page4452(1991)における電着パーマロイの熱処理による影響を述べた論文ではパーマロイの代表(Nominally)として82wt%Ni-18wt%Fe合金膜を揚げ、その結果を論じている。この場合には400℃以上で保磁力が5 Oeに急激に劣化することが報告されている。

【0008】 また、J.Electronic Materials,Vol.2.No.2,page161(1973)では、論文巻頭のアブストラクトやイントロダクションによれば軟磁気特性を有するパーマロイ電着膜として80wt%Ni-20wt%Fe合金膜について熱処理による影響を上記文献と同様に検討したとされている。しかし詳細な内容を記した本文では実験に用いられたパーマロイ合金膜の真の組成は82wt%Ni-18wt%Feであるとしている。そして350℃以上の熱処理で、やはり急激に保磁力が劣化することが報告されている。すなわち、パーマロイ電着膜の組成による耐熱性の違いについては全く知られておらず、80wt%Ni-20wt%Fe合金膜と82wt%Ni-18wt%Fe合金膜の違いは無く、電着法によるパーマロイ膜は高温の熱処理により保磁力は劣化すると考えられていたことがわかる。しかし、本発明に至る実験において、80wt%Ni-20wt%Feの合金膜の場合には、400℃程度までは耐熱性があることが判明した。

【0009】 より広い範囲のNi-Fe合金電着膜について日本金属学会春期講演大会概要(1993)、81ページにパーマロイ組成と30wt%-Ni組成で保磁力が低いとの報告がある。しかしその保磁力は1 Oe以上で特に優れた軟磁性膜には該当しない。

【0010】 また日本応用磁気学会誌Vol.18,page277(1994)にはCoNiFe合金電着膜の広範囲組成の成膜直後の保磁力と400℃アニール後の保磁力が開示されている。NiFe合金付近の合金薄膜の挙動を見ると400℃以上では1 Oe以上となっている。

【0011】 すなわちNi-Fe合金軟磁性電着膜の組成による耐熱特性については全く知られておらず、パーマロイ電着軟磁性薄膜と同様に350℃を超える温度での熱処理を受けると軟磁気特性は得られないものとされてきた。

## 【0012】

【発明が解決しようとする課題】 軟磁性薄膜に要求される最重要特性はもちろん低い保磁力であるが、薄膜磁

気デバイスとしての実際の応用では耐熱特性が重要となる。すなわち他の材料との積層であり、他の材料の特性を得るために高温で処理が不可欠となる。例えば絶縁層として熱硬化フォトリソグレイブを用いるには300℃から400℃でのアニールが必要である。また真空成膜による軟磁性薄膜との複合では成膜時に400℃以上の基板加熱を行わなければならないことも多い。しかし電着法によるパーマロイ薄膜は耐熱性が低いとされてきたために通常は300℃以下の熱履歴となるようなプロセスにのみ使用されていた。しかしより高機能磁気デバイスのためにはより耐熱性の優れた軟磁性電着膜が要求されている。

【0013】そこで、本発明は、高温熱処理後も低い保磁力、特に1 Oe 以下という優れた軟磁気特性を実現することができる軟磁性薄膜、およびこの軟磁性薄膜を備える薄膜磁気デバイスを提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(7)の構成によって達成される。

(1) Ni-Fe合金で、成膜後の保磁力が1 Oe 以下の軟磁性材料で形成された軟磁性薄膜において、Niの含有率を30～80wt%に設定し、成膜後に350℃を超える温度での熱処理を受けた後の保磁力が1 Oe 以下を維持する軟磁性薄膜。

(2) Niの含有率を70wt%以上、80wt%未満に設定し、成膜後に350℃～520℃の熱処理を受けた後の保磁力が1 Oe 以下を維持する上記(1)の軟磁性薄膜。

(3) 熱処理を受けた後の透磁率 $\mu$ が1000以上を維持する上記(1)または(2)の軟磁性薄膜。

(4) 面心立方晶相を主として含み、X線回折における(200)面のピーク強度、面心立方晶(111)面のピーク強度をそれぞれI(200)、I(111)としたとき、

$$0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$$

である上記(1)ないし(3)のいずれかの軟磁性薄膜。

(5) 熱処理を受けた後のグレインの平均粒径(X線回折の(111)回折線の2 $\theta$ の半値幅から求めたもの)が、120～370Åである上記(1)ないし(4)のいずれかの軟磁性薄膜。

(6) 電気めっき法により形成された上記(1)ないし(5)のいずれかの軟磁性薄膜。

(7) 上記(1)ないし(6)のいずれかの軟磁性薄膜を備え、製造工程において、少なくとも1度、350℃を超える温度での熱処理を受けた薄膜磁気デバイス。

【0015】

【作用・効果】本発明においては、上記したようにNi含有率が30～80wt%、特に70wt%以上、80wt%未満のNi-Fe合金で軟磁性薄膜を構成したので、3

50℃を超える高温の熱処理に対しても、磁気特性が劣化せず、1 Oe 以下の低い保磁力Hcを維持するとともに、1000以上の透磁率 $\mu$ を維持する。

【0016】したがって、従来は不可能であった、軟磁性薄膜の成膜後に、必然的に350℃を超える熱処理を受けるMIG(メタル・イン・ギャップ)型の薄膜磁気ヘッドやポリイミド系絶縁膜を使用する薄膜磁気トランス等の軟磁性薄膜として用いることができる。

【0017】

【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。本発明の軟磁性薄膜は、Ni-Fe合金すなわちパーマロイで形成されている。この軟磁性薄膜は、一般に面心立方晶(fcc)相の単相である。

【0018】本発明の軟磁性薄膜は、Ni含有量が30～80wt%、特に70wt%以上、80wt%未満、特に79.9wt%以下であることが好ましい。Ni含有量が、上記の範囲にあるとき、350℃を超える高温で熱処理を受けても、1 Oe 以下の保磁力(Hc)を維持できるからである。本発明では、成膜直後に0.3～1 Oe、特に0.3～0.6 Oe、熱処理後に0.3～1 Oe、特に0.3～0.6 OeのHcをもつ。なお、Hcは通常60Hzでの値である。

【0019】また、本発明の軟磁性薄膜は、薄膜磁気デバイスに用いたとき、高再生出力や高変換効率を得ることができるように上記熱処理を受けた後の1MHzでの透磁率 $\mu$ が1000以上、一般に1000～5000であることが好ましい。

【0020】本発明の軟磁性薄膜においては、熱処理前のグレインの平均粒径が80～100Å程度で、熱処理後のグレインの平均粒径が120～370Å程度であることが好ましい。なお、この平均粒径は、X線回折(XD)の(111)回折線の2 $\theta$ の半値幅(FWHM: Full width at half maximum)に基づいて求めた値である。この値は透過電子顕微鏡等による直接観察とは異なる値を示すことがある。たとえばNi組成81.9%の合金薄膜の成膜時の粒径はXD法では95Åで、透過電子顕微鏡観察では60Å程度とほぼ一致しているが、この試料の400℃アニール後ではXD法での408Åに対して透過電子顕微鏡観察では3500Åである。しかし透過電子顕微鏡観察では非常に時間のかかる作業であり、多くの試料の粒径を求めるのは実用的ではない。このため本発明では粒径としてXD法による推定値を用いた。熱処理後の平均粒径が上記の値を超えると、保磁力(Hc)が増大し、透磁率 $\mu$ が減少する傾向がある。また、小さすぎると、BsやHcが劣化する傾向がある。

【0021】本発明の軟磁性薄膜がfcc相の単相からなる場合、X線回折チャートにおけるfcc(200)面のピーク強度およびfcc(111)面のピーク強度をそれぞれI(200)およびI(111)としたとき、

$0.15 \leq I(200)/I(111) \leq 0.3$  であることが好ましい。 $I(200)/I(111) < 0.15$  であると、保磁力が大きくなってしまう。この値が0.3を超えると、結晶磁気異方性が変化して保磁力が劣化することがある。

【0022】本発明の軟磁性薄膜の飽和磁束密度 ( $B_s$ ) は、0.8~1.8T 程度であることが好ましい。この  $B_s$  は、VSMで測定した値である。なお、本発明の発明者らの実験によれば、この飽和磁束密度 ( $B_s$ ) は、熱処理の前後で変化がなかった。

【0023】従って、本発明の軟磁性薄膜は、薄膜ヘッドや薄膜トランス用の磁性薄膜として極めて有用である。特に、MIG型磁気ヘッドのオーバーライト特性の向上効果等の効果が期待できる。

【0024】本発明の軟磁性薄膜は、ワット浴系、塩化浴系、スルファミン浴系、硫酸浴系等の電気めっき法により作製することが好ましい。このとき用いるめっき浴にはFeイオン、Niイオンが含有される。めっき浴中におけるFeイオンおよびNiイオンの濃度は目的とする膜組成等に応じ適宜選択すればよく、通常、Feイオン、Niイオンの濃度は、いずれも、各々0.01モル/リットル~溶解限度までとすることが好ましい。各金属イオンの濃度が低くなると、金属の析出速度が低下しやすく、実用的でない。Fe、Niの各イオンの供給源は、硫酸塩、スルファミン酸塩、酢酸塩、硝酸塩等の水溶性の塩から選択することが好ましく、安価であることから特に硫酸塩を用いることが好ましい。また、Feイオンは、金属をめっき浴中に浸漬して自然溶解させたり、電解により陽極を溶解させることにより供給することもできる。

【0025】めっき浴のpHは2~10、特に2~4とすることが好ましく、浴温度は10~80℃、特に20~45℃とすることが好ましい。めっき浴のpHおよび温度を上記範囲とすることにより、良好なめっき膜を得ることができる。これに対し、pHが低くなると金属の析出速度が低下し、pHが高くなるとアンモニアガスの発生等により作業環境が悪くなる。また、浴温度が低くなると金属の析出速度が低下し、浴温度が高くなると浴の安定性が得られない。

【0026】めっき浴中には、有機光沢剤を含有させてもよい。有機光沢剤としてはサッカリンが好ましい。添加量は0.5グラム/リットル以上とすれば十分であるが、使用中の消耗等を考慮して1~6グラム/リットルとすることが好ましい。めっき浴中には、この他、ラウリル硫酸ナトリウム等の界面活性剤、ホウ酸、塩化アンモニウム等の通常の電気めっき浴に添加する成分を適宜含有させてもよい。また、適宜、安定化剤として有機酸イオン、還元剤、キレート剤等を添加してもよい。なお、一般の条件では3価のFeイオンは沈澱を生じ好ましくないが、クエン酸、酒石酸等の安定剤ないしキレー

ト剤(錯体形成剤)を添加した場合は沈澱を生じないばかりでなく、Hc低下に効果があるため、むしろ3価のFeイオンを浴中に存在させる方が好ましい。

【0027】なお、連続フィルタリングによりめっき浴中の微粒子や水酸化物を取り除いてもよい。

【0028】陽極は、微粒子除去の観点からは不溶性のTiPt、フェライト電極が好ましい。しかし、陽極において酸化反応が起こるので、例えばイオン交換膜により陰極部と分離することが望ましい。

【0029】成膜時の電流密度は、0.1~10A/dm<sup>2</sup> とすることが好ましく、さらに 0.2~5A/dm<sup>2</sup> とすることが好ましい。電流密度を上記範囲とすることによって、良好なめっき膜を得ることができる。これに対し、電流密度が小さくなると金属の析出速度が低下し、電流密度が大きくなると膜中の金属粒子の粒子サイズが増大し、内部応力も高くなる傾向があり、保磁力Hcが低下する。直流以外にもパルス電解や陰極溶解まで行なう交流併用型も可能である。

【0030】めっき浴の溶媒としては、通常の水の他に非水系溶媒、例えばメチルアルコール、ジメチルホルムアミド、エチルアルコール、プロピレンカーバイド、溶融塩等も使用可能である。

【0031】本発明の軟磁性薄膜では、Fe、Niの一部を置換する形で、Cu、Cr、Sn、Rh、Pd、Mn、P、B、Zn、Sn、Pt等から選択された1種以上の元素を含有させてもよい。含有量は全体の3wt%以下とすることが好ましい。

【0032】なお、膜中にはC、Sが微量含有されることがあるが、これらのものは磁気特性に大きな影響を与えるので注意が必要となる。具体的には共に1000ppm以下であることが望ましい。

【0033】本発明の軟磁性薄膜の厚さは、目的に応じて適宜決定すればよく、特に制限はないが、低い保磁力を得るためには、通常、0.5~10μm程度とすることが好ましく、また、薄膜磁気ヘッドに適用する場合は0.5~4.5μm程度、薄膜トランスに適用する場合は3~7μm程度とすることが好ましい。

【0034】次に、以上説明した軟磁性薄膜を使用した薄膜磁気ヘッドの構造の1例について説明する。

【0035】図1において、符号1は薄膜磁気ヘッドで、この薄膜磁気ヘッド1は、スライド2上に、絶縁層3、下部磁極層4、ギャップ層5、絶縁層6、コイル層7、絶縁層8、上部磁極層9および保護層10を順次有するいわゆるMIG型薄膜磁気ヘッドである。

【0036】スライド2の構成材料としては、従来公知の種々のものを用いればよく、例えばセラミックス、フェライト等により構成すればよい。この場合、セラミックス、特にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiCを主成分とするセラミックス、ZrO<sub>2</sub>を主成分とするセラミックス、SiCを主成分とするセラミックスまたはAlNを主成分とする

セラミックスが好適である。なお、これらには、添加物として $Mg$ 、 $Y$ 、 $ZrO_2$ 、 $TiO_2$ 等が含有されていてもよい。スライダ7の形状やサイズ等の諸条件は公知の何れのものであってもよく、用途に応じ適宜選択される。

【0037】スライダ2上には、絶縁層3が形成される。絶縁層3の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、 $SiO_2$ 、ガラス、 $Al_2O_3$ 等を用いることができる。絶縁層3の膜厚やパターンは公知の何れのものであってもよく、例えば膜厚は、5～40 $\mu m$ 程度とする。

【0038】磁極は、通常、図示のように、下部磁極層4と上部磁極層9として設けられる。上記上部磁性層9は、第1、第2および第3磁性膜9-1、9-2、9-3から構成されていることが好ましい。本発明では、下部磁極層4および上部磁極層9の第1と第3の磁性膜9-1、9-3として、本発明の軟磁性薄膜を用いることが好ましい。下部磁極層4および上部磁極層9のパターン、膜厚等は公知のいずれのものであってもよい。例えば両磁極層の厚さは1～5 $\mu m$ 程度とすればよい。上記上部磁性層9の第2磁性膜9-2としては、 $FeTa$ 、 $FeZrN$ 、 $FeNbN$ 、 $FeN$ 等の $B_s$ が1.5T以上の高 $B_s$ 軟磁性材料を用いることが好ましい。

【0039】このような $Fe-N$ 系の膜は成膜時にはアモルファス状態であるが熱処理により $\alpha Fe$ （アルファ鉄）の微結晶に $Ta$ 等の窒化物微粒子が均一に分散した構造となり軟磁気特性が改善される。このアニール温度は、通常、400℃から550℃が好ましく、特に500℃以上で十分なアニール効果が得られる。

【0040】このような、アニールを行うと、先に設けられた下部磁性層4および上部磁性層9の第1磁性膜9-1もこのアニールによる熱を受けてしまうが、上記したように、本発明においては、このような熱処理を受けても、下部磁性層4および上部磁性層9の第1磁性膜9-1は、その $H_c$ が1Oe以下、 $\mu$ が1000以上を維持し、良好な特性を保ったままであり、その結果、高特性の薄膜磁気ヘッドを得ることができる。

【0041】下部磁極層4および上部磁極層9の間にはギャップ層5が形成される。ギャップ層5には、 $Al_2O_3$ 、 $SiO_2$ 等公知の種々の材料を用いればよい。また、ギャップ層5のパターン、膜厚等は公知の何れのものであってもよく、例えば、膜厚は0.2～1.0 $\mu m$ 程度とすればよい。

【0042】コイル層7の材質には特に制限はなく、通常用いられる $Al$ 、 $Cu$ 等の金属を用いればよい。コイルの巻回パターンや巻回密度についても制限はなく、公知のものを適宜選択使用すればよい。例えば巻回パターンについては、図示のスパイラル型その他、積層型、ジグザグ型等何れであってもよい。また、コイル層7の形成にはスパッタ法等の各種気相被着法やめっき法等を用い

ればよい。図示例ではコイル層7は、いわゆるスパイラル型としてスパイラル状に上部および下部磁極層4、9間に配設されており、コイル層7と上部および下部磁極層4、9間には絶縁層6、8が設けられている。

【0043】絶縁層6、8の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、 $SiO_2$ 、ガラス、 $Al_2O_3$ 等を用いることができる。

【0044】また、上部磁極層9上には保護層10が設けられる。保護層12の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば $Al_2O_3$ 等を用いることができる。この場合、保護層10のパターンや膜厚等は従来公知のものはいずれも使用可能であり、例えば膜厚は10～50 $\mu m$ 程度とすればよい。

【0045】なお、本発明ではさらに各種樹脂コート層等を積層してもよい。

【0046】このような薄膜磁気ヘッドの製造工程は、通常、薄膜作製とパターン形成とによって行なわれる。各層の薄膜作製には、上記したように、従来公知の技術である気相被着法、例えば真空蒸着法、スパッタ法、あるいはめっき法等を用いればよい。薄膜磁気ヘッドの各層のパターン形成は、従来公知の技術である選択エッチングあるいは選択デポジションにより行なうことができる。エッチングには、各種のウェットエッチングやドライエッチングを利用すればよい。

【0047】本発明の薄膜磁気ヘッドは、アーム等の従来公知のアセンブリーと組み合わせて使用される。

【0048】なお、高 $B_s$ 磁極膜に施される前述した熱処理（アニール）は、絶縁層や保護層の形状加工の際のフォトリソグラフィ工程中のレジスト加熱処理（350～450℃程度）で代用することができる。また、絶縁層や保護層の形成をスパッタ法により行なう場合、プラズマや基板加熱により磁極層を350超～520℃、特に360～520℃程度の温度にまで昇温できるので、これを前記熱処理に代えることもできる。本発明の軟磁性薄膜および軟磁性多層膜は、この程度の温度で熱処理した場合でも、良好な軟磁気特性が得られる。

【0049】本発明の軟磁性薄膜は、上記した各種磁気ヘッドのほかにも、薄膜インダクタ等の各種軟磁性部品等に適用することができる。

#### 【0050】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。

#### 実施例1

10mm×10mm×0.1mm厚のガラス上に、スパッタ法により $NiFe$ を500Å成膜した基板を使用した。めっき前処理として1N-塩酸（常温）に30秒浸漬し、水洗した後、以下のめっき条件にて軟磁性薄膜サンプルを成膜した。

【0051】めっき浴中の基板の周囲には銅板で補助力

ソードを設けた。陰極全体の形状は3インチの円盤状であり、陽極には4インチ径のT i P t板を使用した。攪拌には断面が三角形のパドルを用い、60回/分間の周期で陰極から2mmの場所でパドル攪拌を行なった。めっき液は下記組成とし、その総量は約7リットルとした。

【0052】めっき浴組成 (1リットル中)

硫酸ニッケル・6水塩	80~350g
硫酸第一鉄・7水塩	4~200g
ホウ酸	25g
塩化アンモニウム	15g
サッカリン	2g
界面活性剤	微量

【0053】めっき浴温度は20~40℃、めっき浴のpHは2~3.5、電流密度は0.6~2A/dm<sup>2</sup>、めっき時間は10分間とし、300Oeの直流磁界を印加しながら電気めっきを行ない、厚さ2μmの軟磁性薄膜サンプルを得た。この場合、浴中の金属イオンの濃度比を変化させることにより種々の組成のものを得た。まためっき浴温度、pH、電流密度温度等によっても、異なる組成が得られた。各サンプルについて、2kOeの磁場を印加しながら真空熱処理炉にて300℃、400℃、450℃、500℃、600℃と温度を変え、で30分間

のアニールを行なった。

【0054】得られた各サンプルについて、組成、熱処理後の保磁力H<sub>c</sub>(Oe)、飽和磁束密度B<sub>s</sub>(T)、透磁率μ、X線回折からのグレインの平均粒径d(Å)およびI(200)/I(111)を測定した。なお、表1および表2において、「a<sub>s</sub>」はアニール前のサンプルを、「300」、「360」、「400」、「450」および「500」は、各サンプルのアニール温度をそれぞれ示す。

10 【0055】測定は下記により行った。

【0056】(組成) 蛍光X線分析装置、ICPを用いて測定した。

【0057】(保磁力H<sub>c</sub>) 交流B-Hトレーサーにより60Hzにて測定した。

【0058】(飽和磁束密度B<sub>s</sub>) VSMにより測定した。

【0059】(透磁率μ) 8の字コイル法により5MHz、3mOeにて測定した。

20 【0060】(X線回折) Cu-Kα線(50kV, 40mA)を用い、各面のピークの強度を求めた。

【0061】

【表1】

11

Ni (wt%)	as Hc	as Bs	as $\mu$	as d	as I-111/I-200	300 Hc	300 $\mu$	300 d	300 I-111/I-200	360 Hc	360 $\mu$	360 d	360 I-111/I-200	400 Hc	400 $\mu$
81.9	0.6	0.80	1826	95	0.19	1.0	1220	280	0.11	4.2	430	390	0.07	6.9	290
81.5	0.6	0.80	2138	96	0.19	0.8	2080	150	0.18	2.8	490	390	0.06	7.2	390
80.5	0.6	0.81	2092	83	0.2	0.7	2120	140	0.18	1.5	600	320	0.09	2.1	460
80.0	0.6	0.82	2078	92	0.21	0.7	2110	130	0.19	0.9	1350	180	0.16	1.0	1210
79.5	0.6	0.82	2016	78	0.22	0.6	2010	120	0.18	0.5	2000	155	0.19	0.5	1990
74.4	0.7	0.84	1353	72	0.2	0.7	1480	140	0.21	0.6	1550	145	0.19	0.6	1540
71.4	0.6	0.90	1870	65	0.2	0.6	1880	125	0.2	0.6	1910	162	0.2	0.7	1550
51.3	0.8	1.41	1129	65	0.19	0.8	1220	125	0.2	0.8	1280	155	0.19	0.9	1290
41.6	0.7	1.55	1100	96	0.18	0.7	1190	150	0.2	0.7	1220	178	0.2	0.8	1150
34.9	0.8	1.70	1080	88	0.19	0.8	1100	180	0.2	0.8	1100	185	0.18	0.8	1100
25.7	3.8	1.85	315	100	0.18	4.2	390	260	0.18	5.2	320	275	0.19	6.0	290

12



表 2 (1-2)

Ni (wt%)	400 d	400 I-111/I-200	450 Hc	450 $\mu$	450 d	450 I-111/I-200	500 Hc	500 $\mu$	500 d	500 I-111/I-200
81.9	408	0.06	9.3	210	520	0.03	7.8	160	490	0.06
81.5	420	0.06	9.6	260	590	0.04	8.6	240	460	0.02
80.5	390	0.05	5.1	320	590	0.09	5.5	290	420	0.03
80.0	210	0.16	1.2	1050	220	0.15	2.3	530	390	0.08
79.5	190	0.18	0.9	1520	240	0.2	1.0	1220	290	0.18
74.4	190	0.2	0.8	1430	159	0.17	0.9	1110	220	0.19
71.4	226	0.21	0.9	1440	240	0.18	1.0	1150	360	0.19
51.3	183	0.14	4.8	410	430	0.14	3.1	360	390	0.12
41.6	210	0.1	3.9	400	460	0.1	3.5	440	410	0.08
34.9	210	0.1	3.6	390	420	0.09	4.0	390	380	0.06
26.7	315	0.09	9.5	200	480	0.05	13.5	90	490	0.03

【0063】表1、表2から明瞭のように、パーマロイにおいて、Niの含有量は本発明範囲である30～80wt%のとき、350℃を超え、400℃以上の熱処理を受けても、10e以下の低保磁力を維持する。また、特に好ましいNiの含有量である70wt%以上、80wt%未満では、520℃程度までの熱処理を受けても、10e以下の低保磁力や、1000以上の高 $\mu$ を保った。

#### 【0064】実施例2

図1に示すようなMIG型薄膜磁気ヘッドを次のようにして作製した。

【0065】スライダ2にはアルティック (AlTiC) 基板を用い、この上にSiO<sub>2</sub>の絶縁層3をスパッタで形成し、さらにその上に、電気めっきにて下部磁極層4として電気めっきパーマロイ磁性層を3 $\mu$ m成膜した。

【0066】さらにその上に下部磁極層4上に、ギャップ層5としてアルミナ膜をスパッタによりを成膜し、この上に再び上記と同様にSiO<sub>2</sub>で絶縁層6を形成した。

【0067】この絶縁層6上にコイル層7を硫酸銅めっき浴を用い電気めっき法にて成膜し、またSiO<sub>2</sub>絶縁層8をスパッタ法にて成膜した。

【0068】次いで、0.5 $\mu$ mのパーマロイを電気めっき法にて上部磁極層9の第1の磁性膜9-1として成膜し、

【0069】この上に、1.0 $\mu$ mのFeTa<sub>2</sub>N膜 (Bs=1.6T) を第2磁性膜9-2としてスパッタ法にて成膜した。

【0070】下記の条件でアニールしFeTa<sub>2</sub>N膜の磁

気特性を改善した。

【0071】次いで、電気めっきにてパーマロイ第3磁性膜9-3を2.5 $\mu$ m成膜し、この上に、保護層10をスパッタ法によるアルミナで形成し、実施例および比較例のサンプルを得た。

#### 【0072】

実施例2 層および膜4、9-1、9-3の電気めっき組成78.5wt% Ni、アニール450℃、30分間。

比較例1 層および膜4、9-1、9-3の電気めっき組成81.5wt% Ni、アニール450℃、30分間。

比較例2 層および膜4、9-1、9-3の電気めっき組成81.5wt% Ni、アニール300℃、30分間。

【0073】以上のサンプルを用いて、Hc=23000eの磁気媒体に記録再生しオーバーライト (OW)、S/N特性を評価した。結果を下記する。

#### 【0074】

	OW	S/N
実施例2	-35dB	35dB
比較例1	-33dB	25dB
比較例2	-28dB	23dB

【0075】OW、S/Nともに本発明の実施例が優れていることがわかる。特に、S/Nの向上が顕著であった。

【0076】なお、上部磁性層9の第3磁性膜はアニール工程が無いので81.5wt% Ni組成でも可能である。

#### 【0077】

【発明の効果】本発明によれば、熱処理後でも低Hcで高 $\mu$ の軟磁性薄膜が得られる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の軟磁性薄膜を用いた薄膜磁気ヘッドの層構成例を示す断面図である。

- 1 薄膜磁気ヘッド
- 2 スライダ
- 3 絶縁層
- 4 下部磁性層

- \* 5 ギャップ層
- 6 絶縁層
- 7 コイル層
- 8 絶縁層
- 9 上部磁性層
- 10 保護層

\*

【図1】

